

## Carrier gas separating device

**Patent number:** DE1598568

**Publication date:** 1971-01-21

**Inventor:** NODA TAMOTSU

**Applicant:** HITACHI LTD

**Classification:**

- **international:** G01N31/08

- **european:** B01D53/22; G01N1/40; G01N30/72G2; H01J49/04

**Application number:** DE19661598568 19660927

**Priority number(s):** JP19650079571 19651001; JP19650079572 19651001

**Also published as:**

 GB1097327 (A)

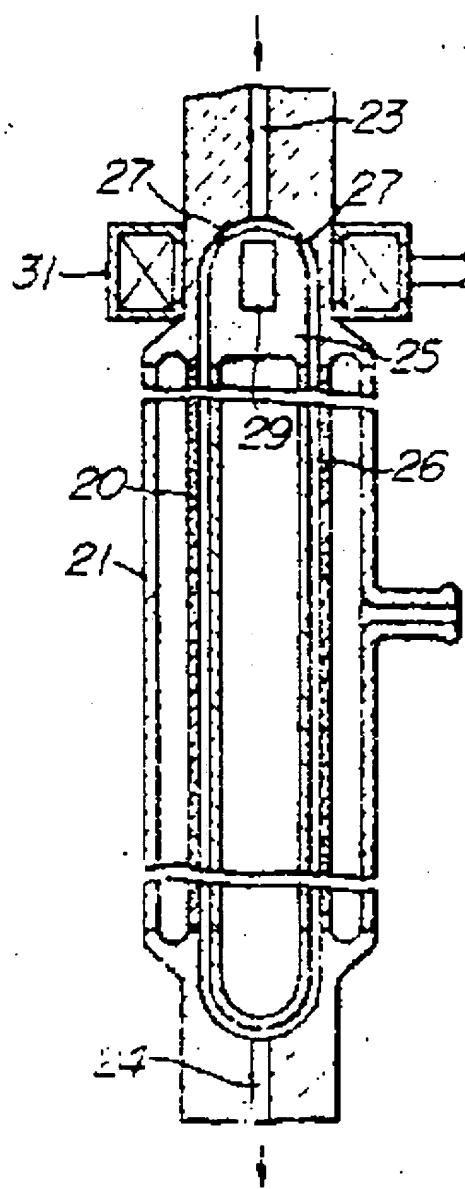
[Report a data error here](#)

Abstract not available for DE1598568

Abstract of corresponding document: **GB1097327**

1,097,327. Carrier gas separating device.  
HITACHI Ltd. Sept. 21, 1966 [Oct. 1, 1965 (2)],  
No. 42197/66. Heading B1L. A carrier gas  
separating device, used between a gas  
chromatograph and a mass spectrometer and  
consisting of a separating tube 20 made of  
porous material (e.g. fritted glass) enclosed by a  
vacuum jacket 21 which has means for  
evacuating the jacket interior, contains an inner  
space reduction member 25 so arranged that an  
interstice 26 is formed between the tube and  
member which acts to communicate an inlet 23  
from the gas chromatograph with an outlet 24 to  
the mass spectrometer. The member may be  
axially movable within the tube to interrupt the  
communication between inlet and outlet, e.g. a  
magnet 29 embedded in the upper portion of the  
member is attracted by an electromagnetic coil  
31 when energized. Protuberances on the  
member may be provided to support a non-axially  
movable member within the tube.

FIG. 4.



---

Data supplied from the [esp@cenet](mailto:esp@cenet) database - Worldwide

⑤

Int. Cl.:

G 01 n, 31/08

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT

⑥

Deutsche Kl.: 421, 4/16

1  
51.  
1

⑩  
⑪

## Patentschrift 1 598 568

⑫  
⑬

Aktenzeichen: P 15 98 568.9-52 (H 60606)

Anmeldetag: 27. September 1966

⑭

Offenlegungstag: 21. Januar 1971

⑮

Auslegetag: 21. Oktober 1971

⑯

Ausgabetag: 31. Mai 1972

⑰

Patentschrift stimmt mit der Auslegeschrift überein

Ausstellungsriorität: —

⑲

Unionspriorität

⑳

Datum: 1. Oktober 1965

1. Oktober 1965

㉑

Land: Japan

㉒

Aktenzeichen: 79571

79572

㉓

Bezeichnung:

Vorrichtung zur Abtrennung von Trägergas

㉔

Zusatz zu:

—

㉕

Ausscheidung aus:

—

㉖

Patentiert für:

Hitachi, Ltd., Tokio

Vertreter gem. § 16 PatG: Beetz, R., Dipl.-Ing.; Lamprecht, K., Dipl.-Ing.; Patentanwälte,  
8000 München

㉗

Als Erfinder benannt: Noda, Tamotsu, Katsuta (Japan)

㉘

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

FIG. 1

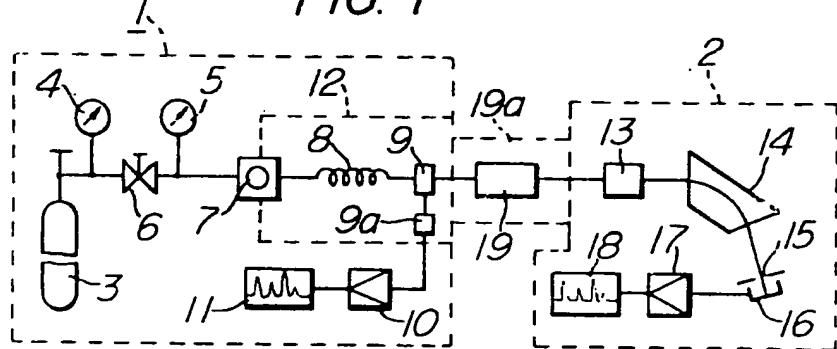


FIG. 2

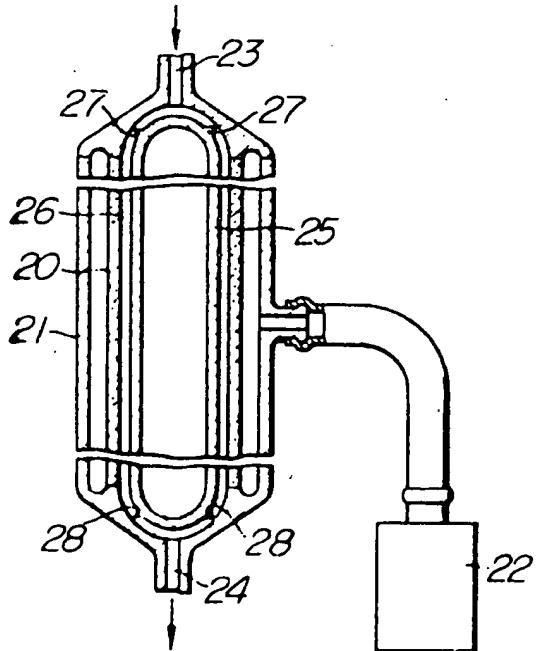
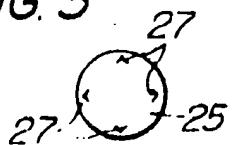


FIG. 3



Die Erfindung bezieht sich auf eine Trägergasabtrennvorrichtung mit einem Trägergastrennrohr aus porösem Material, einem dieses umschließenden Vakuummantel, Mitteln zur Evakuierung des Innenraumes dieses Mantels und einem Auslaß und einem Einlaß an den entgegengesetzten Enden des Trägergastrennrohres.

Eine solche Vorrichtung dient insbesondere als Übergangsstück zwischen einem Gaschromatographen und einem Massenspektrographen, in dem die gaschromatographisch aufgetrennten Bestandteile einer Probe massenspektrometrisch analysiert werden sollen.

Für die massenspektrometrische Analyse der in einem Gaschromatographen aufgetrennten Probenbestandteile mittels eines direkt angeschlossenen Massenspektrographen ist die Anwesenheit des für die Gaschromatographie erforderlichen Trägergases neben den interessierenden Probenkomponenten sehr störend und eine möglichst vollständige Abtrennung des Trägergases daher anzustreben.

Für die Abtrennung dieses Trägergases wurde bereits ein als »Trägergastrennrohr« bezeichnetes poröses Rohr als Verbindung zwischen Gaschromatograph und Massenspektrometer vorgeschlagen, das von einem Vakuummantel umschlossen wird, in den hinein das Trägergas abgesaugt wird (s. beispielsweise »Analytical Chemistry«, Bd. 37, Mai 1964, Nr. 6, S. 1135 bis 1137).

Mit einer solchen Vorrichtung kann das Trägergas jedoch nicht in befriedigender Weise abgetrennt werden, da die Innenoberfläche des Trennrohres, d. h. die mit dem Trägergas in Kontakt kommende Oberfläche relativ klein ist. Bei einer Vergrößerung der Innenoberfläche des Rohres nimmt aber notwendigerweise sein Innenraum zu, so daß eine Diffusion und Wiedervermischung der vom Gaschromatographen getrennten Probenkomponenten innerhalb des Trägergastrennrohres stattfinden kann. Vollständig befriedigende Analysenergebnisse können also mit einer derartigen Vorrichtung nicht erwartet werden.

Der Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, eine Trägergasabtrennvorrichtung zu schaffen, bei der die Innenoberfläche eines Trägergastrennrohres ohne Erhöhung des Rohrinnenraumes für die weitgehende Abtrennung des Trägergases groß genug gemacht werden kann.

Die erfindungsgemäße Trägergasabtrennvorrichtung der eingangs genannten Art ist daher gekennzeichnet durch ein Element zur Verminderung des (freien) Innenraumes, das im Trägergastrennrohr so angeordnet ist, daß zwischen diesem und dem Element ein Zwischenraum gebildet wird, über den der Einlaß mit dem Auslaß in Verbindung steht.

Die Innenoberfläche des Trägergastrennrohres kann also gemäß der Erfindung relativ groß gemacht werden, ohne daß gleichzeitig der Rohrinnenraum zunehmen muß. Das bedeutet, daß der Wert von  $O/V$  (wobei  $O$  die Innenoberfläche des Trägergastrennrohres ist und  $V$  dessen [freier] Innenraum) durch Verwendung eines Elementes zur Verminderung des freien Innenraumes groß gemacht werden kann.

Eine Verstärkung der Trägergasabtrennung bei gleichzeitiger Verhinderung der Diffusion oder Mischung der getrennten Probenkomponenten wäre im Prinzip auch einfach durch eine Verringerung des Trägergastrennrohdurchmessers bei gleichzeitiger

Verlängerung des Rohres zu erreichen. Die Fertigung eines solchen Rohres ist jedoch sehr schwierig. Demgegenüber kann die Abtrennung des Trägergases durch die vorstehend angegebene erfindungsgemäße

5 Anordnung der Trägergasabtrennvorrichtung merklich erhöht sein, während Diffusion oder Mischung der getrennten Probenkomponenten mit Trägergas- trennrohr verhindert werden.

Die Erfindung wird an Hand der Zeichnung näher erläutert; es zeigt

10 Fig. 1 ein Blockdiagramm einer Anlage, bei der ein Gaschromatograph direkt mit einem Massenspektrometer gekoppelt ist,

Fig. 2 einen Schnitt in axialer Richtung durch eine erfindungsgemäße Trägergasabtrennvorrichtung und

15 Fig. 3 das Element zur Verminderung des Innenraumes gemäß Fig. 2 in Ansicht.

Gemäß Fig. 1 umfaßt ein Gaschromatograph 1

20 eine Trägergasflasche 3, Druckmesser 4 und 5, ein Nadelventil 6, einen Probeneinlaß 7, eine Säule 8, einen Strömungsteiler 9, einen Detektor 9a, einen Schreiber 11, der über einen Verstärker 10 mit dem Detektor 9a verbunden ist und einen temperaturgegeleneten Ofen 12, mit dem die Säule 8 und der Detektor 9a auf konstanter Temperatur gehalten werden. Ein Massenspektrometer 2 umfaßt eine Ionenquelle 13, Magnetpole 14, einen Spalt 15, einen Ionenauffänger oder -kollektor 16 und einen über 25 einen Verstärker 17 mit dem Ionenkollektor 16 verbundenen Schreiber 18. Zwischen dem Gaschromatographen 1 und dem Massenspektrometer 2 ist eine Trägergasabtrennvorrichtung 19 innerhalb eines Ofens 19a angeordnet.

30 35 Beim Betrieb wird zunächst Trägergas aus der Gasflasche 3 in die Säule 8 eingelassen und unter Beobachtung der Druckmesser 4 und 5 das Nadelventil 6 auf einen bestimmten Druck des Trägergases eingestellt. Dann wird, wenn eine vorbestimmte Probe

40 45 menge in den Probeneinlaß 7 injiziert wird, die Probe durch das Trägergas in die Säule 8 eingeführt. Da die Säule 8 mit einem Adsorptionsmittel gefüllt ist, wird die in die Säule eintretende Probe entsprechend den unterschiedlichen Affinitäten der Probenbestandteile 50 zum Adsorbenten aufgetrennt. Die getrennten Komponenten werden durch den Detektor 9a nachgewiesen. Der Detektor 9a erzeugt der Menge der Probenkomponenten entsprechende elektrische Signale, die nach Verstärkung durch den Verstärker 10 zum

55 Schreiber 11 geschickt werden. Dieser erzeugt daher eine Kurve mit den Probenkomponenten entsprechenden »Peaks«. Wenn eine Massenanalyse der vom Gaschromatographen getrennten Probenkomponenten unter direkter Ankopplung des Gaschromatographen an ein Massenspektrometer ausgeführt wird, ist der Detektor des Gaschromatographen nicht unbedingt erforderlich. In einem solchen Fall können Detektor 9a, Verstärker 10 und Schreiber 11 wegge-lassen oder in ihrem Betrieb unterbrochen werden.

60 65 Die vom Gaschromatographen 1 getrennten Probenkomponenten werden in Richtung des Massenspektrometers 2 durch das Trägergas geleitet, das selbst jedoch im Massenspektrometer äußerst unerwünscht ist. Das Trägergas wird daher zum größten Teil durch die Trägergasabtrennvorrichtung 19, die mit dem Gaschromatographen und dem Massenspektrometer in Verbindung steht, abgetrennt. Da das Massenspektrometer 2 durch nichtgezeigte Pump-

systeme auf ein hohes Vakuum gebracht ist, werden die Probenkomponenten zusammen mit einer gerin-  
gen Menge des Trägergases durch Vakuumsaugwir-  
kung in das Massenspektrometer 2 eingeführt. Hier  
werden die Probenkomponenten in der Ionenquelle  
13 ionisiert. Die erzeugten Ionen werden in Richtung  
der Magnetpole 14 gelenkt und beim Durchgang  
durch das Magnetfeld abhängig von der Ionenmasse  
abgelenkt und fokussiert. Wenn also das Magnetfeld  
durch ein nichtgezeigtes Abtast- bzw. Durchlauf-  
System kontinuierlich geändert wird, treten die ab-  
gelenkten Ionen abhängig von ihrer Masse nachein-  
ander durch den Spalt 15 und werden von dem  
Ionenkollektor 16 gesammelt. Am Ionenkollektor 16  
sind Mittel zur Erzeugung eines den aufgefangenen  
Ionen entsprechenden elektrischen Signals vorgese-  
hen, das durch den Verstärker 17 verstärkt und zum  
Schreiber 18 geschickt wird, der dann das Massen-  
spektrum aufzeichnet.

Fig. 2 und 3 zeigen ein Beispiel für eine erfin-  
dungsgemäße Trägergasabtrennvorrichtung, die zwis-  
chen Gaschromatograph und Massenspektrometer,  
wie 19 gemäß Fig. 1, zu verwenden ist. Ein Träger-  
gastrennrohr 20 wird aus gefrittem Glas mit feinen  
Poren, in der Gegend von beispielsweise einigen  $\mu$ ,  
hergestellt. Dieses Trägergastrennrohr 20 wird von  
einem Vakuummantel 21 umschlossen, dessen Innen-  
raum durch ein Pumpensystem 22 evakuiert wird. An  
den oberen und unteren Enden des Trägergastrenn-  
rohres 20 sind jeweils ein Einlaß 23 und ein Auslaß  
24 vorgesehen.

Innerhalb des Trägergastrennrohres 20 ist ein  
Element 25 zur Verminderung des Innenraumes einge-  
baut, in der Weise, daß zwischen 20 und 25 ein  
Zwischenraum 26 gelassen wird. Das obere und un-  
tere Ende des Elementes 25 ist abgerundet und mit  
mehreren Ansätzen bzw. kleinen Erhebungen 27 und  
28 versehen, über die sich das Element 25 zur Ver-  
minderung des Innenraumes in dem Trägergastrenn-  
rohr 20 abstützt, in der Weise, daß eine Verbindung  
zwischen Einlaß 23 und Auslaß 24 aufrechterhalten

wird. Der Einlaß 23 des Trägergastrennrohres 20 ist  
mit dem Auslaß des Gaschromatographen zu verbin-  
den und der Auslaß 24 des Rohres 20 wird an den  
Einlaß des Massenspektrometers angeschlossen.

5 Wenn man nun den Innenraum des Vakuumman-  
tels 21 mit Hilfe eines Pumpensystems 22 evakuiert, so  
wird das Trägergas (im allgemeinen  $H_2$  oder  $He$ )  
durch die feinen Poren des Trägergastrennrohres 20  
nahezu vollständig entfernt, wenn die Mischung aus  
10 Trägergas und Probenkomponente durch den Einlaß  
23 in den Zwischenraum 26 strömt. Da das Massen-  
spektrometer auf ein relativ hohes Vakuum gebracht  
ist, werden die durch den Zwischenraum 26 treten-  
den Probenkomponenten durch den Auslaß 24 zum  
15 Massenspektrometer weitergeleitet.

Durch den Einbau des Elementes 25 zur Vermin-  
derung des Innenraumes im Trägergastrennrohr 20  
kann dessen Innenoberfläche ohne Erhöhung des  
Innenraumes ausreichend groß gemacht werden. Eine

20 Diffusion oder Mischung der aufgetrennten Proben-  
komponenten im Trägergastrennrohr 20 kann somit  
angemessen verhindert werden, während die Träger-  
gasabtrennung auffallend gefördert werden kann.  
25 Darüber hinaus ist es unnötig, das Rohr 20 zur Er-  
höhung seiner Innenoberfläche zu verlängern, was zu  
Fabrikationsschwierigkeiten führen würde.

#### Patentanspruch:

Trägergasabtrennvorrichtung mit einem Trä-  
gergastrennrohr aus porösem Material, einem  
dieses umschließenden Vakuummantel, Mitteln  
zur Evakuierung des Innenraumes dieses Mantels  
und einem Auslaß und einem Einlaß an den ent-  
gegengesetzten Enden des Trägergastrennrohres,  
35 gekennzeichnet durch ein Element (25)  
zur Verminderung des (freien) Innenraumes, das  
im Trägergastrennrohr (20) so angeordnet ist,  
daß zwischen diesem und dem Element (25) ein  
Zwischenraum (26) gebildet wird, über den der  
Einlaß (23) mit dem Auslaß (24) in Verbindung  
steht.